

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **11-323775**

(43)Date of publication of application : **26.11.1999**

---

(51)Int.Cl.

D21H 19/20

D21H 27/00

---

(21)Application number : **10-137999**

(71)Applicant : **OJI PAPER CO LTD**

(22)Date of filing : **20.05.1998**

(72)Inventor : **HASEGAWA KOJI  
SHOJI SADAHIRO  
MURATA MAMORU**

---

### **(57) PRODUCTION OF BASE MATERIAL FOR SEPARATE PAPER**

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To produce a base material for separate paper, excellent in water resistance and solvent-barrier properties, and reusable as a waste paper pulp.

**SOLUTION:** This method for producing a base material for separate paper comprises coating a coating liquid containing a polyvinyl alcohol as a main component on the surface of a base paper comprising a wood pulp as a main raw material, and carrying out the flat finish of the coated base paper. The degree of saponification of the polyvinyl alcohol is  $\geq 90$  mol.%, and the surface tension of the coating liquid is 45-60 dyne/cm. **BEST AVAILABLE COPY**

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Japanese Unexamined Patent Publication No. 323775/1999

Date of Publication: November 26, 1999

Japanese Patent Application No. 137999/1998

Date of Application: May 20, 1998

Applicant: Oji Paper Co., Ltd.

Document Name]

## SPECIFICATION

[Title of the Invention]

5 RELEASE PAPER

[CLAIMS]

1. A process for preparing a substrate for release paper which comprises  
applying a coating solution having polyvinyl alcohol as a main component to the surface of a base paper having wood pulp as a main material and  
conducting smoothing treatment;  
wherein the hydrolysis degree of said polyvinyl alcohol is at least 90 % by mol and the surface tension of said coating solution is 45 to 60 dyne/cm.

[DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION]

[Technical Field of the Invention]

10 The present invention relates to a process for preparing a substrate for release paper used for adhesive labels, adhesive sealing material and adhesive tape. More specifically, the present invention relates to a process for efficiently preparing at low cost a substrate for release paper, in which an organic solvent solution containing a release  
15 agent such as silicone or a non-solvent release agent can be directly applied to the base paper and polyethylene does not need to be laminated.

[Prior Art]

Conventionally, as a substrate for release paper, that is a substrate for release paper formed by applying a release agent such as a solution obtained by dissolving silicone resin into an organic solvent  
 5 such as toluene, so that peeling properties from the upper paper of a label or sealing material or peeling properties of tape rolled into a cylinder are favorable, polyethylene laminate paper, glassine paper, clay coat paper and super calender paper are known.

Of these, commonly used is a substrate, in which a  
 10 polyethylene film layer having a thickness of approximately 10 to 25  $\mu\text{m}$  is formed by extrusion processing on the surface of woodfree paper, machine glazed paper or kraft paper, in order to inhibit permeation of the coating solution as much as possible and exhibit peeling properties to the fullest extent. However, this substrate for release paper in which  
 15 polyethylene is laminated is difficult to recollect and reuse in the paper making process, as the polyethylene forms a strong continuous membrane, which is insoluble in water, and this is presently a problem in industrial waste disposal.

Also, known is the method of directly applying an organic  
 20 solvent solution of a release agent, instead of laminating polyethylene, using as the base paper glassine paper, which has excessively beaten pulp as a raw material. However, in this base paper, pulp which is the raw material is excessively beaten and the bonds between the fibers are strong due to calender treatment. Therefore, there is the disadvantage  
 25 that the fibers cannot easily disperse in water when recycling. Furthermore, even if the fibers are dispersed in water by increasing mechanical force and introducing chemical treatment, reusing as

material for normal paper is difficult as the fibers are significantly damaged due to strong beating.

On the other hand, as a substrate for release paper obtained by directly coating with a release agent solution without laminating polyethylene, JP-B-1-35959, JP-A-4-23876, JP-A-6-264399, JP-A-6-306798, JP-A-7-97797, JP-A-7-122239, JP-A-7-252799, JP-A-8-27442, JP-A-8-120599, JP-A-8-144198, Japanese Patent No. 2612528 and JP-A-9-158095 disclose a clay coat type substrate for release paper, in which an undercoat layer is formed by applying a coating having an inorganic pigment or organic adhesive as a main component on the surface of the base paper. Also, JP-A-9-158094 and Japanese Patent No. 2562766 disclose a substrate for release paper, in which a filler layer containing fine particles of an organic substance instead of inorganic pigment is formed. In such a substrate, the undercoat layer is recognized as having the effects of covering and filling the extremely small voids in the base paper (hereinafter referred to as pinholes). However, between each of the pigment particles of the undercoat layer, even smaller continuous pores are infinitely formed and there is the problem that the release agent solution permeates into the base paper through these small continuous pores. Therefore, in comparison to the method of laminating with polyethylene, a large amount of a high cost release agent must be applied.

Furthermore, in JP-B-7-122237 and JP-B-7-122239, disclosed is a substrate for release paper having smoothness and the property of blocking permeation of the organic solvent (hereinafter referred to as solvent barrier properties), which is equivalent to that of polyethylene laminate paper, in which a resin layer is additionally

formed on the pigment layer to fill the small continuous pores between the pigment particles. However, because a resin layer is formed after the pigment layer is formed, there is the problem that the number of steps increase and costs become high.

5           Also, in a super calender substrate which is densified by mechanically pressurizing, the small space between the fibers cannot be completely blocked and the property of blocking permeation of the organic solvent (hereinafter referred to as solvent barrier properties), which is equivalent to that of polyethylene laminate paper, cannot be  
10   provided.

          JP-A-4-2900 and JP-A-7-229098 disclose a method of undercoating starch as a filler. However, this starch solution itself becomes buried in the pinholes and therefore cannot completely fill the pinholes. Consequently, solvent barrier properties equivalent to that of  
15   polyethylene laminate paper cannot be provided by merely an undercoat layer of starch.

          JP-A-6-305087, JP-A-6-306797 and JP-B-6-35720 disclose a substrate for release paper to which barrier properties are provided by applying a coating solution containing water-based resin such as  
20   polyacrylamide, polyacrylic acid, polymethacrylic acid, polyitaconic acid, polyethylene oxide, polyvinylpyrrolidone, polyvinylmethylether, polyethyleneglycol, styrenebutadiene, styreneacryl, acrylic ester and polystyrene. However, these fillers are high in cost in comparison to water-based resin such as starch and polyvinyl alcohol and so the cost  
25   increases, in the case that an amount large enough for forming a filler layer without any pinholes is coated.

          JP-A-5-279995, JP-A-5-279996, JP-A-7-216327, JP-A-8-

284099, JP-A-8-299895 and JP-A-9-137399 disclose a substrate for release paper, in which a coating solution having polyvinyl alcohol as the main component is coated. Polyvinyl alcohol is a material that exhibits a superior effect in filling pinholes and when polyvinyl alcohol is used in a substrate for release paper, a filler layer which does not have pinholes can be formed. The solvent barrier properties when applied to paper of these coating solutions having polyvinyl alcohol as the main component differ depending on the hydrolysis degree of polyvinyl alcohol. When polyvinyl alcohol having a low hydrolysis degree is used, the solvent barrier properties are high but water resistance is low and consequently, there is the problem that the polyvinyl alcohol elutes due to humidity in the adhesion processing step, causing blocking. When polyvinyl alcohol having a high hydrolysis degree is used, water resistance is high and so problems due to elution of polyvinyl alcohol do not occur but solvent barrier properties are low and there is the problem that solvent barrier properties equivalent to that of polyethylene laminate paper cannot be provided.

[Problems to be Solved by the Invention]

The object of the present invention is to use polyvinyl alcohol having a high hydrolysis degree for a substrate for release paper and to obtain a substrate for release paper excellent in water resistance and solvent barrier properties.

[Means for Solving the Problems]

The present invention relates to a process for preparing a substrate for release paper which comprises applying a coating solution having polyvinyl alcohol as a main component to the surface of a base paper having wood pulp as a main material and conducting smoothing

treatment, wherein the hydrolysis degree of said polyvinyl alcohol is at least 90 % by mol and the surface tension of said coating solution is 45 to 60 dyne/cm.

[Embodiments of the Invention]

5           The present inventors conducted intensive studies of the material and coating method of the barrier layer formed on the base paper, in order to obtain a substrate for release paper without laminating polyethylene on the base paper, which has excellent barrier properties equivalent to that of polyethylene laminate paper and water  
10 resistance and can be easily defiberized in water and reused. Thus, a substrate for release paper which can fulfill these requirements was achieved. That is, as a result of analyzing in detail the functions of polyethylene in the conventional substrate for release paper in which polyethylene is laminated, the present inventors have found that  
15 forming a barrier layer which can accomplish at once  
(1) complete inhibition of permeation of the silicone coating solution and  
(2) filling of the pinholes having a pore diameter of 1 to 200  $\mu\text{m}$  which are scattered over the base paper  
on a porous base paper excellent in absorbency prepared with wood pulp  
20 as the main ingredient is an effective means for obtaining a substrate having barrier properties equivalent to that of film laminate paper. Thus, the present invention was accomplished.

          In the present invention, polyvinyl alcohol having a hydrolysis degree of at least 90 % by mol, more preferably a hydrolysis  
25 degree of at least 95 % by mol, is used. When the hydrolysis degree is less than 90 % by mol, water resistance is low and the object of the present invention cannot be achieved. Polyvinyl alcohol is usually



prepared by hydrolyzing polyvinyl acetate. The hydrolysis degree represents the degree of hydrolysis. The solubility of polyvinyl alcohol to water is strongly influenced by the hydrolysis degree and when polyvinyl alcohol having a hydrolysis degree of 85 to 90 % by mol is used, solvent barrier properties become high but water resistance is low and solubility is high. Consequently, there is the problem that the polyvinyl alcohol elutes due to humidity in the adhesion processing step, causing blocking. On the other hand, when polyvinyl alcohol having a hydrolysis degree of at least 90 % by mol is used, water resistance is high and so problems due to elution of polyvinyl alcohol do not occur but solvent barrier properties become low. In the present invention, solvent barrier properties are improved using polyvinyl alcohol having high water resistance, that is high hydrolysis degree.

The polyvinyl alcohol used in the present invention usually has a polymerization degree within the range of 200 to 2500. As a result of exhibiting superior film forming properties due to the strong bonding strength thereof, the function and effect of inhibiting permeation of the silicone coating solution to the base paper having small pores is obtained. Besides polyvinyl alcohol, various modified polyvinyl alcohol such as carboxylic acid modified, amide modified and ethylene modified polyvinyl alcohol may be used as the polyvinyl alcohol.

The surface tension of the coating solution having polyvinyl alcohol as a main component of the present invention must be 45 to 60 dyne/cm when measured by the Wilhelmy method (perpendicular plate method) in conditions of 20°C and 1 % by weight. In the present invention, a CBVP-Z type automatic surface tensiometer made by Kyowa Interface Science Co., Ltd. was used for measurement. Permeation of

liquid into porous material such as paper is represented by the Lucas-Washburn formula  $h = \sqrt{(r\gamma\cos\theta \cdot t / 2\eta)}$ .

h: height which liquid reaches after t time (seconds)

r: capillary radius

5     $\gamma$ : surface tension of liquid

$\theta$ : contact angle of liquid and instrument wall

$\eta$ : viscosity of liquid

As evident from the formula, with respect to the permeability of the coating solution to paper, the lower the surface tension, the more  
 10    difficult permeation is, enabling formation of the barrier layer on an outer layer. However, barrier properties when coated on paper becomes low if the surface tension becomes too low and so the surface tension must be 45 to 60 dyne/cm, more preferably 50 to 55 dyne/cm. When the surface tension is less than 45 dyne/cm, film-forming properties of  
 15    the coating film becomes low and the pinholes of the base paper cannot be filled, thereby decreasing barrier properties. On the other hand, when the surface tension is more than 60 dyne/cm, permeability of the coating solution becomes high and the pinholes cannot be covered, thereby decreasing barrier properties. In either case, the object of the  
 20    present invention cannot be achieved. The surface tension of polyvinyl alcohol depends on the hydrolysis degree and polyvinyl alcohol having a hydrolysis degree of at least 90 % by mol has surface tension of at least 60 dyne/cm.

As a method of adjusting the surface tension of the polyvinyl  
 25    alcohol having a hydrolysis degree of at least 90 % by mol, chemicals commonly known as a defoaming agent or surfactant can be compounded. Examples of the defoaming agent or surfactant are lower

alcohol-types (such as methanol, ethanol, isopropanol, sec-butanol and n-butanol), organic polar compound-types (such as amino alcohol, octyl alcohol, isobutyl carbitol, tributyl phosphate, oleic acid, tall oil, metal soap, sorbitan lauric acid monoester, sorbitan lauric acid triester, 5 ethylene glycol fatty acid ester, pluronic nonionic surfactant, polypropyleneglycol and acrylic vinyl polymer), mineral oil-types (such as a surfactant compound of mineral oil and surfactant compound of mineral oil and fatty acid metallic salt) and silicone-types (such as silicone oil, silicone resin, modified silicone, compound of silicone and 10 surfactant and compound of silicone and inorganic powder).

In the present invention, a pigment or adhesive other than polyvinyl alcohol can be compounded in the coating solution. The pigment is not particularly limited and examples are inorganic and organic pigment such as kaolin, clay, aluminum hydroxide, titanium 15 dioxide, calcium carbonate heavy, calcium carbonate light, talc, plastic pigment, zinc oxide, calcium sulfate and barium sulfate. Two or more kinds of pigment may be used together.

Examples of the adhesive are modified starch, polyacrylamide resin, styrene butadiene copolymer latex emulsion, 20 styrene acryl copolymer latex emulsion and acrylic ester resin. However, in order to sufficiently exhibit the filling effect by polyvinyl alcohol of the present invention, the compounding ratio of the adhesive is preferably at most 50 % by weight of the adhesive component of the coating solution (total of polyvinyl alcohol of the present invention and 25 other adhesive). Furthermore, a small amount of an additive such as a dispersant, water resistance agent, lubricant, defoaming agent, coloring agent and preservative can be added when necessary.

The base paper used in the present invention includes woodfree paper, mechanical paper and alkali paper, which is machined by a Fourdrinier paper machine, Fourdrinier Yankee paper machine or cylinder paper machine using as raw material chemical pulp such as broad-leaved craft pulp or coniferous craft pulp or mechanical pulp such as GP, RGP or TMP. The base paper may contain organic and inorganic pigment and machining auxiliary chemicals such as a paper strength reinforcing agent, sizing agent and yield improving agent. The base paper preferably has a Stöckigt sizing degree defined in JIS P8122 of at least 5 seconds.

With respect to the amount of the coating solution applied, if the amount is too little, pinholes of the base paper cannot be filled and if the amount is too much, cost becomes high. Therefore, by applying the coating solution to become 0.3 to 5 g/m<sup>2</sup> in dry weight, excellent barrier properties can be obtained at low cost.

As the coating equipment used in the present invention, coating machines such as a size press, transfer roll coater, bar coater and blade coater can be used.

After a barrier layer is formed on the base paper, subjecting to smoothing treatment with finishing equipment such as a super calender is effective for improving image quality of the barrier layer and barrier properties. Also, as a result, the coating layer of the silicone release agent can be evenly formed. In this case, depending on the purpose, the smoothness is preferably controlled to the range of 50 to 5000 seconds (Oken smoothness defined in JAPAN TAPPI, Pulp Testing Method No. 5).

## [Examples]

The present invention is explained in detail based on Examples and Comparative Examples, but not limited thereto. Hereinafter, in Examples, "part(s)" represents "part(s) by weight and %"

5 represents "% by weight".

## Example 1

Material for paper having the following composition was prepared.

10	Component	Weight
	Coniferous craft pulp	70 parts
	Broad-leaved craft pulp	30 parts
	Rosin sizing agent	0.3 part
	Aluminum sulfate	2 parts
15	The pulp used herein was beaten to Canadian standard freeness 200 ml. Then, base paper with a basic weight of 64 g/m <sup>2</sup> was machined from the paper material using a Fourdrinier multi-cylinder paper machine. During this process, as the coating solution having polyvinyl alcohol as the main component, a 6 % aqueous solution of polyvinyl alcohol having	
20	a hydrolysis degree of 99 % by mol and a polymerization degree of 1700, in which the surface tension was adjusted to 55 dyne/cm by isopropanol, was coated to have absolute dry weight of 1 g/m <sup>2</sup> to the felt face (hereinafter referred to as release agent coating surface) by a gate roller coater device installed in the middle of the dryer of the paper machine.	
25	After machining, the finishing treatment was conducted by a super calender and a substrate for release paper was obtained.	

## Example 2

A substrate for release paper was obtained in the same manner as in Example 1 except that as the coating solution having polyvinyl alcohol as the main component, a 6 % aqueous solution of polyvinyl alcohol having a hydrolysis degree of 99 % by mol and a polymerization degree of 1700, in which the surface tension was adjusted to 50 dyne/cm by isopropanol, was coated to have absolute dry weight of 1 g/m<sup>2</sup> to the felt face.

## 10 Comparative Example 1

A substrate for release paper was obtained in the same manner as in Example 1 except that as the coating solution having polyvinyl alcohol as the main component, a 6 % aqueous solution of polyvinyl alcohol having a hydrolysis degree of 99 % by mol and a polymerization degree of 1700, in which the surface tension was 65 dyne/cm, was coated to have absolute dry weight of 1 g/m<sup>2</sup> to the felt face.

## Comparative Example 2

20 A substrate for release paper was obtained in the same manner as in Example 1 except that as the coating solution having polyvinyl alcohol as the main component, a 6 % aqueous solution of polyvinyl alcohol having a hydrolysis degree of 99 % by mol and a polymerization degree of 1700, in which the surface tension was adjusted to 40 dyne/cm by isopropanol, was coated to have absolute dry weight of 1 g/m<sup>2</sup> to the felt face.

## Comparative Example 3

A substrate for release paper was obtained in the same manner as in Example 1 except that as the coating solution having polyvinyl alcohol as the main component, a 6 % aqueous solution of polyvinyl alcohol having a hydrolysis degree of 88 % by mol and a polymerization degree of 1700, in which the surface tension was adjusted to 45 dyne/cm by isopropanol, was coated to have absolute dry weight of 1 g/m<sup>2</sup> to the felt face.

## 10 Comparative Example 4

A substrate for release paper was obtained in the same manner as in Example 1 except that to the substrate for release paper of Example 1, low density polyethylene (available from Nippon Polyolefin) was laminated in a thickness of 18  $\mu$ m by a melt extruder.

15 The substrate for release paper obtained in Examples and Comparative Examples was tested and evaluated regarding the following aspects. The results are shown in the Table.

## (1) Barrier properties

The coating surface of the substrate for release paper was marked with an oil-base permanent marker and barrier properties were evaluated by the number of pinholes that appeared in 10 cm<sup>2</sup> on the reverse side.

## (Evaluation criteria)

◎: 0 to 5 pinholes

25 ○: 6 to 10 pinholes

×: 11 or more pinholes

## (2) Blocking properties

Water was dropped on the coating surface of the substrate for release paper and uncoated base paper was placed thereon and laminated by pressure with a hand roller. After air drying, the substrate was cut into a width of 15 mm and the peeling resistance was observed.

(Evaluation criteria)

○: No blocking

△: Some blocking

10 ×: Blocking

## (3) Defiberizing properties

With respect to defiberizing properties when pulping to regenerate waste paper, the obtained substrate for release paper was defiberized by a standard defiberizing machine defined in JIS P8209 and the dispersion condition of the pulp at 5000 counts was observed to evaluate the defiberizing properties.

(Evaluation criteria)

○: Completely defiberized

△: Partially defiberized

20 ×: Not fiberized at all



Table 1

	Barrier properties	Blocking properties	Defiberizing properties
Ex. 1	◎	○	○
Ex. 2	◎	○	○
Com. Ex. 1	×	○	○
Com. Ex. 2	×	○	○
Com. Ex. 3	◎	×	○
Com. Ex. 4	◎	○	×

## [Effect of the Invention]

As described above, according to the present invention, a  
5 substrate for release paper excellent in water resistance and solvent  
barrier properties can be obtained. As apparent from the results of  
Table 1, according to the present invention, a substrate for release paper  
in which barrier properties are high and blocking does not occur can be  
obtained. Furthermore, a substrate for release paper which is reusable  
10 as waste paper pulp can be obtained.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-323775

(43) 公開日 平成11年(1999)11月26日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

F I

D 2 1 H 19/20  
27/00

D 2 1 H 1/34  
5/00

F  
B

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平10-137999

(22) 出願日 平成10年(1998) 5 月20日

(71) 出願人 000122298

王子製紙株式会社  
東京都中央区銀座4丁目7番5号

(72) 発明者 長谷川 浩治

岐阜県中津川市中津川3465-1 王子製紙  
株式会社中津工場内

(72) 発明者 庄司 貞宏

岐阜県中津川市中津川3465-1 王子製紙  
株式会社中津工場内

(72) 発明者 村田 守

岐阜県中津川市中津川3465-1 王子製紙  
株式会社中津工場内

(54) 【発明の名称】 剥離紙用基材の製造方法

(57) 【要約】

【課題】耐水性と溶剤バリア性に優れた剥離紙用基材を得ること。また古紙パルプとして再利用可能な剥離紙用基材を得ること。

【解決手段】木材パルプを主原料とする原紙の表面上に、ポリビニルアルコールを主成分とする塗工液を塗布後、平滑化处理する剥離紙用基材の製造方法において、ポリビニルアルコールの鹸化度が90mol%以上、かつ塗工液の表面張力が45~60dyne/cmであることを特徴とする剥離紙用基材の製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】木材パルプを主原料とする原紙の表面上に、ポリビニルアルコールを主成分とする塗工液を塗布後、平滑化処理する剥離紙用基材の製造方法において、ポリビニルアルコールの鹸化度が90mol%以上、かつ塗工液の表面張力が45～60dyne/cmであることを特徴とする剥離紙用基材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は粘着ラベル、粘着シール、粘着テープ等を使用する剥離紙用基材の製造方法に関するものである。さらに詳しく述べるならば、本発明は特に原紙上にポリエチレンをラミネートする必要がなく、シリコンなどの剥離剤を含む有機溶剤溶液、または無溶剤型剥離剤を直接塗布することのできる剥離紙用基材を効率よく安価に製造する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来剥離紙用基材、すなわちラベル、シール上葉紙との剥離性、あるいは円筒状に巻かれたテープの剥離性を良好にするため、剥離剤または離型剤、例えばシリコン樹脂をトルエン等の有機溶剤に溶解した溶液が塗布して形成される剥離紙の基材としては、ポリエチレンラミネート紙、グラシン紙、クレーコート紙、およびスーパーカレンダー紙などが知られている。

【0003】これらの基材の中で、木材パルプを主原料とする上質紙、片艶紙およびクラフト紙等の表面に、上記塗工液の浸透を極力抑制して剥離性を最大限に発揮させる目的で、押出し加工方式により厚さ10～25μm程度のポリエチレンフィルム層を形成させたものが一般的に用いられている。しかしながら上記のポリエチレンをラミネートする剥離紙用基材は、このポリエチレンが強固な連続皮膜を形成しかつそれが水に不溶のため、この基材を再度回収し、製紙工程で再生利用することが難しく、これが今日産業廃棄物処理上の大きな問題となっている。

【0004】また、極度に叩解されたパルプを原料とするグラシン紙等を原紙として用い、これにポリエチレンをラミネートすることなく、直接剥離剤の有機溶剤溶液を塗工する方法も用いられている。しかしながらこのような原紙は原料となるパルプを極度に叩解して用い、さらにカレンダー処理等により繊維間結合を強固にしているため、再生利用の際水中で容易に分散しないという欠点を有している。さらにたとえ機械力の強化および化学的処理の導入等により水中で分散できたとしても、叩解処理の強化により繊維が著しく損傷しているため、一般の紙の原料として再利用することは困難である。

【0005】一方特公平1-35959号、特開平4-23876号、特開平6-264399号、特開平6-306798号、特開平7-97797号、特開平7-122239号、特開平7-252799号、特開平8-27

442号、特開平8-120599号、特開平8-144198号、特許2612528号、特開平9-158095号には、ポリエチレンをラミネートすることなく、直接剥離剤溶液を塗工して得られる剥離紙用基材として、原紙表面に無機顔料および有機接着剤を主成分とする塗料を塗工して下塗り層を形成したクレーコートタイプの剥離紙用基材が開示されている。また特開平9-158094号、特許2562766号には無機顔料ではなく有機物の微粒子を含有する目止め層を形成した剥離紙用基材が開示されている。このような基材においては原紙中の微少な空隙(以下ピンホールと記す)を下塗り層が被覆し、これを目止める効果が認められている。しかし下塗り層の顔料粒子相互の間には、さらに微細な連続孔が無数に形成されており、この微細な連続孔をとおして剥離剤溶液が原紙中に浸透するという問題がある。このためポリエチレンでラミネートする方法に比べ、高価な剥離剤を多量に塗工する必要がある。

【0006】さらに特公平7-122237号、7-122239号には顔料層の上にさらに樹脂層を形成し、顔料粒子間の微細な連続孔をふさいでしまい、ポリエチレンラミネート紙に匹敵するような優れた有機溶剤の浸透を遮断する性質(以下、溶剤バリア性と記す)や平滑性を持つ剥離紙用基材が開示されている。しかし顔料層を形成した後に樹脂層を形成するため、工程数が多くなりコスト高となるという問題がある。

【0007】また機械的に加圧して緻密化したスーパーカレンダータイプの基材においても、なお微細な繊維間空隙を完全に封鎖することはできず、ポリエチレンラミネート紙に匹敵するような優れた有機溶剤の浸透を遮断する性質(以下、溶剤バリア性と記す)を付与することは到底できない。

【0008】特開平4-2900号、特開平7-229098号には、澱粉を目止め剤として下塗りする方法が開示されているが、この澱粉溶液自体がピンホール中に埋没してしまうので、完全にピンホールを目止める役割を果たすことはできず、このため澱粉の下塗り層のみではポリエチレンラミネート紙に匹敵するような優れた溶剤バリア性を付与することは到底できない。

【0009】特開平6-305087号、特開平6-306797号、特公平6-35720号には、ポリアクリルアミド、ポリアクリル酸、ポリメタクリル酸、ポリイタコン酸、ポリエチレンオキシド、ポリビニルピロリドン、ポリビニルメチルエーテル、ポリエチレングリコール、スチレンブタジエン、スチレンアクリル、アクリル酸エステル、ポリスチレンなどの水系樹脂を含有する塗工液を塗布してバリア性を付与した剥離紙用基材が開示されている。しかしながらこれらの目止め剤は澱粉やポリビニルアルコールといった水系樹脂と比べ高価であるため、ピンホールの目止め層を形成できるほど多量に塗布した場合コストアップとなる。

【0010】また、特開平5-279995号、特開平5-279996

号、特開平7-216327号、特開平8-284099号、特開平8-299895号、特開平9-137399号には、ポリビニルアルコールを主成分とする塗工液を塗布した剥離用基材について開示されている。ポリビニルアルコールは、卓越したピンホールの目止め効果を発揮する材料であり、剥離紙用基材にポリビニルアルコールを使用するとピンホールのない目止め層を形成することができる。これらのポリビニルアルコールを主成分とする塗工液は、ポリビニルアルコールの鹸化度により、紙に塗布した場合の溶剤バリア性には差がある。鹸化度の低いポリビニルアルコールを使用した場合溶剤バリア性は高くなるが耐水性が低く、粘着加工工程等での加湿によりポリビニルアルコールが溶出し、ブロッキングするという問題がある。また鹸化度の高いポリビニルアルコールを使用した場合、耐水性は高くなるためポリビニルアルコールの溶出トラブルは発生しないが、溶剤バリア性は低く、ポリエチレンラミネート紙に匹敵するような優れた溶剤バリア性を付与することは到底できないという問題がある。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】そこで本発明の課題は剥離紙用基材に鹸化度の高いポリビニルアルコールを使用し、耐水性と溶剤バリア性に優れた剥離紙用基材を得ることにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明は木材パルプを主原料とする原紙の表面上に、ポリビニルアルコールを主成分とする塗工液を塗布後、平滑化処理する剥離紙用基材の製造方法において、ポリビニルアルコールの鹸化度が90mol%以上、かつ塗工液の表面張力が45~60dyne/cmであることを特徴とする剥離紙用基材の製造方法に関するものである。

【0013】

【発明の実施の形態】本発明者等は、原紙上にポリエチレンのごときラミネートをすることなく、これに匹敵する優れたバリア性と耐水性を有し、かつ水中で容易に離解でき再利用が可能な剥離紙用基材を得るため、原紙上に形成するバリア層の材料および塗工方法を鋭意研究し、これらの要件を満たし得る剥離紙用基材を完成した。すなわちポリエチレンをラミネートした従来の剥離紙用基材のポリエチレンの機能を細部にわたり解析した結果、本発明者等は木材パルプを主原料として製造される多孔性で吸液性に富む原紙上に

(1)シリコーン塗工液の浸透を全面的に抑制すること、および(2)原紙に散在する孔径1~200μmのピンホールを目止めることを同時に達成することができるバリア層を形成することが、フィルムラミネート紙に匹敵するバリア性を有する基材を得る効果的な手段であるとの見解に達し、本発明をなすに至ったものである。

【0014】本発明においては鹸化度90mol%以上、更に好ましくは95mol%以上のポリビニルアルコールが用

いられる。鹸化度が90mol%に満たないと耐水性が低く、本発明の目的を達成することができない。ポリビニルアルコールは一般的にはポリ酢酸ビニルを加水分解して製造される。その加水分解の程度を表したものが鹸化度である。ポリビニルアルコールの水に対する溶解性は鹸化度の影響が極めて強く、鹸化度85~90mol%未満のポリビニルアルコールを使用した場合は、溶剤バリア性は高くなるが耐水性が低く溶解性は高くなる。したがって粘着加工工程等での加湿によりポリビニルアルコールが溶出し、ブロッキングするという問題がある。逆に鹸化度90mol%以上のポリビニルアルコールを使用した場合、耐水性が高くなるためポリビニルアルコールの溶出トラブルは発生しないが、溶剤バリア性は低くなる。本発明においては、耐水性の高いすなわち鹸化度の高いポリビニルアルコールを使用し、溶剤バリア性をも改善しようとするものである。

【0015】本発明のポリビニルアルコールは、通常重合度200~2500の範囲のものが使用され、その強固な結合力により卓越した造膜性を発現する結果、微細な空隙を有する原紙へのシリコーン塗工液の浸透を抑制する作用効果を発揮する。ポリビニルアルコールとしてはポリビニルアルコールのほか、カルボン酸変性、アミド変性、エチレン変性等各種変性したポリビニルアルコールを用いることもできる。

【0016】本発明のポリビニルアルコールを主成分とする塗工液の表面張力は、ウィルヘルミ法(垂直板法)で20℃、1重量%の条件で測定して45~60dyne/cmとすることが必要である。本発明においては共和界面科学(株)製の自動表面張力計CBVP-Z型の測定器を用いて測定した。紙のような多孔質体への液体の浸透については、Lucas-Washburnの式  $h=\sqrt{(r\gamma\cos\theta\cdot t/2\eta)}$  で表される。

h: 液体がt時間(秒)後に到達する高さ

r: 毛細管の半径

$\gamma$ : 液体の表面張力

$\theta$ : 液体と器壁の接触角

$\eta$ : 液体の粘度

紙への塗工液の浸透性についてこの式からわかるように、表面張力が低いほど浸透しにくくなり、より表層にバリア層を形成できる。しかしながら、表面張力が低くなりすぎても紙に塗工した場合のバリア性は低くなるため、表面張力は45~60dyne/cm、更に好ましくは50~55dyne/cmであることが必要である。表面張力が45dyne/cmに満たないと塗膜の成膜性能が低くなり、基紙のピンホールを封鎖することができずバリア性が低下し、逆に60dyne/cmを超えると塗液の浸透大となり、ピンホールを覆い隠すことができずバリア性が低下し、いずれの場合にも本発明の目的を達成することができない。ポリビニルアルコールの表面張力は鹸化度に依存し、鹸化度90mol%以上のポリビニルアルコールは60dyne/cm以上の表面

張力である。

【0017】この酸化度90mol%以上のポリビニルアルコールの表面張力を調節する方法としては、一般に消泡剤、界面活性剤として知られている薬剤を配合することで実現できる。消泡剤、界面活性剤としては、低級アルコール系（メタノール、エタノール、イソプロパノール、Sec-ブタノール、n-ブタノールなど）、有機極性化合物系（アミノアルコール、オクチルアルコール、イソブチルカルビトール、トリブチルフォスフェート、オレイン酸、トール油、金属石鹸、ソルビタンラウリン酸モノエステル、ソルビタンラウリン酸トリエステル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、プルロニック型非イオン活性剤、ポリプロピレングリコール、アクリルビニル系ポリマーなど）、鉱物油系（鉱物油の界面活性剤配合品、鉱物油と脂肪酸金属塩の界面活性剤配合品など）、シリコーン系（シリコーンオイル、シリコーン樹脂、変性シリコーン、シリコーンと界面活性剤配合品、シリコーンと無機粉末の配合品など）などを用いることができる。

【0018】本発明において、塗工液にポリビニルアルコール以外の顔料、接着剤等を混合して用いることができる。顔料としては特に制約はなく、例えばカオリン、クレー、水酸化アルミニウム、二酸化チタン、重質炭酸カルシウム、軽質炭酸カルシウム、タルク、プラスチックビグメント、酸化亜鉛、硫酸カルシウム、硫酸バリウム等の無機顔料、有機顔料を挙げることができる。もちろん2種類以上の顔料を併用することもできる。

【0019】また接着剤としては澱粉変生物、ポリアクリルアミド系樹脂、スチレンブタジエン共重合体ラテックスエマルジョン、スチレンアクリル共重合体ラテックスエマルジョン、およびアクリル酸エステル系樹脂等が挙げられる。しかしながら本発明のポリビニルアルコールによる充分な目止め効果を発揮させるためには、これらの配合率は塗工液の接着剤成分（本発明のポリビニルアルコールおよびそれ以外の接着剤の合計）中50重量%以下にとどめるのが好ましい。さらに必要に応じて分散剤、耐水化剤、潤滑剤、消泡剤、着色剤、防腐剤等の少量添加剤を配合することは何ら問題とならない。

【0020】本発明に用いられる原紙は広葉樹クラフトパルプ、針葉樹クラフトパルプ等の化学パルプ、GP、RGP、TMP等の機械パルプを原料として用い、長網抄紙機、長網ヤンキー型抄紙機、あるいは丸網抄紙機等で抄紙される上質紙、中質紙、アルカリ性紙を包含するものである。原紙中には有機および無機の顔料、並びに紙力増強剤、サイズ剤、歩留まり向上剤等の抄紙補助薬品が含まれても良い。なお該原紙はJIS P8122に規定されるステキヒトサイズ度が5秒以上であることが好ましい。

【0021】塗工液の塗布量としては、少なすぎでは原紙のピンホールを目止めできず、多すぎではコスト高となるため、乾燥重量で0.3～5g/m<sup>2</sup>となるように塗布す

ることで安価で優れたバリヤ性を得ることが可能となる。

【0022】本発明に用いられる塗工設備としては、サイズプレス、トランスファーロールコータ、バーコータ、ブレードコータ等の塗工機を用いることができる。

【0023】なお原紙にバリヤ層を形成した後、スーパーカレンダ等の仕上げ設備で平滑化処理を施すことはバリヤ層の面質が良好となり、バリヤ性向上に有効であり、これによりシリコーン剥離剤塗工層を均一に形成することが可能となる。この場合目的に応じて平滑度を50～5000秒（JAPAN TAPPI紙パルプ試験法No.5に規定される王研式平滑度）の範囲にコントロールするのが好適である。

【0024】

【実施例】本発明を実施例および比較例により更に詳細に説明するが、本発明の内容は実施例に限られるものではない。なお、以下の例中の「部」とはすべて「重量部」を、「%」とあるのはすべて「重量%」を示す。

【0025】実施例1

まず下記組成の紙料を調整した。

成分	重量
針葉樹晒クラフトパルプ	70部
広葉樹晒クラフトパルプ	30部
ロジンサイズ剤	0.3部
硫酸アルミニウム	2部

ここで用いたパルプはそれぞれカナディアンスタンダードフリーネス200mlに叩解したものを使用した。次にこの紙料から、長網多筒型抄紙機により坪量64q/m<sup>2</sup>の原紙を抄造した。その際抄紙機の乾燥機の間中部に設置されたゲートロールコータ装置により、ポリビニルアルコールを主成分とする塗工液として、イソプロパノールで表面張力55dyne/cmに調整した酸化度99mol%、重合度1700のポリビニルアルコール水溶液を、濃度6%で絶乾重量1g/m<sup>2</sup>となるようにフェルト面（離型剤塗工面、以下同）に塗付した。抄紙後スーパーカレンダにより仕上げ処理を行い、剥離紙用基材を得た。

【0026】実施例2

ポリビニルアルコールを主成分とする塗工液としてイソプロパノールで表面張力50dyne/cmに調整した酸化度99mol%、重合度1700のポリビニルアルコール水溶液を、濃度6%で絶乾重量1g/m<sup>2</sup>となるようにフェルト面に塗付した以外は実施例1と同様にして剥離紙用基材を得た。

【0027】比較例1

ポリビニルアルコールを主成分とする塗工液として、酸化度99mol%、重合度1700、表面張力65dyne/cmのポリビニルアルコール水溶液を、濃度6%で絶乾重量1g/m<sup>2</sup>となるようにフェルト面に塗付した以外は実施例1と同様にして剥離紙用基材を得た。

【0028】比較例2

ポリビニルアルコールを主成分とする塗工液として酸

度99mol%、重合度1700、イソプロパノールで表面張力40dyne/cmに調整したポリビニルアルコール水溶液を、濃度6%で絶乾重量1g/m<sup>2</sup>となるようにフェルト面に塗付した以外は実施例1と同様にして剥離紙用基材を得た。

#### 【0029】比較例3

ポリビニルアルコールを主成分とする塗工液として酸化度88mol%、重合度1700、イソプロパノールで表面張力45dyne/cmに調整したポリビニルアルコール水溶液を、濃度6%で絶乾重量1g/m<sup>2</sup>となるようにフェルト面に塗付した以外は実施例1と同様にして剥離紙用基材を得た。

#### 【0030】比較例4

実施例1の剥離紙用基材にさらに低密度ポリエチレン（日本ポリオレフィン製）を溶融押出機により、厚さ18μmのラミネートを施した以外は実施例1と同様の剥離紙用基材を得た。

【0031】実施例および比較例で得られた剥離紙用基材について、下記の項目について試験し、評価した。結果を表に示す。

#### (1)バリア性

剥離紙用基材の塗工液塗工面に市販の油性マジックインキを塗り、裏面10cm<sup>2</sup>内に現れるピンホールの数によってバリア性を評価した。

#### （評価基準）

◎…0～5個

○…6～10個

×…11個以上

#### (2)ブロッキング性

剥離紙用基材の塗工液塗工面に水を垂らし、その上に未塗工原紙を重ね、ハンドローラで圧着し風乾後、15mm幅

に断裁し、剥離抵抗を見た。

#### （評価基準）

○：ブロッキングなし

△：一部ブロッキングあり

×：ブロッキングしている

#### (3)離解性

古紙再生パルプ化における離解性について、得られた剥離紙用基材をJIS P8209に規定される標準離解機によって離解処理をし、カウント数5000でのパルプ分散状態を観察してその離解性を評価した。

#### （評価基準）

○：完全に離解できる

△：部分的に離解できていない

×：まったく離解できていない

#### 【0032】

【表1】

	バリア性	ブロッキング性	離解性
実施例1	◎	○	○
実施例2	◎	○	○
比較例1	×	○	○
比較例2	×	○	○
比較例3	◎	×	○
比較例4	◎	○	×

#### 【0033】

【発明の効果】以上のように本発明によれば、耐水性と溶剤バリア性に優れた剥離紙用基材を得ることができる。また表1の結果から明らかなように、本発明によればバリア性が高く、ブロッキングの問題がない剥離紙用基材を得ることができる。さらにまた古紙パルプとして再利用可能な剥離紙用基材を得ることができる。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☐ FADED TEXT OR DRAWING

☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**